

Deterjen Serbuk - Bagian 4: Cara uji kadar fosfat total secara titrimetri



© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

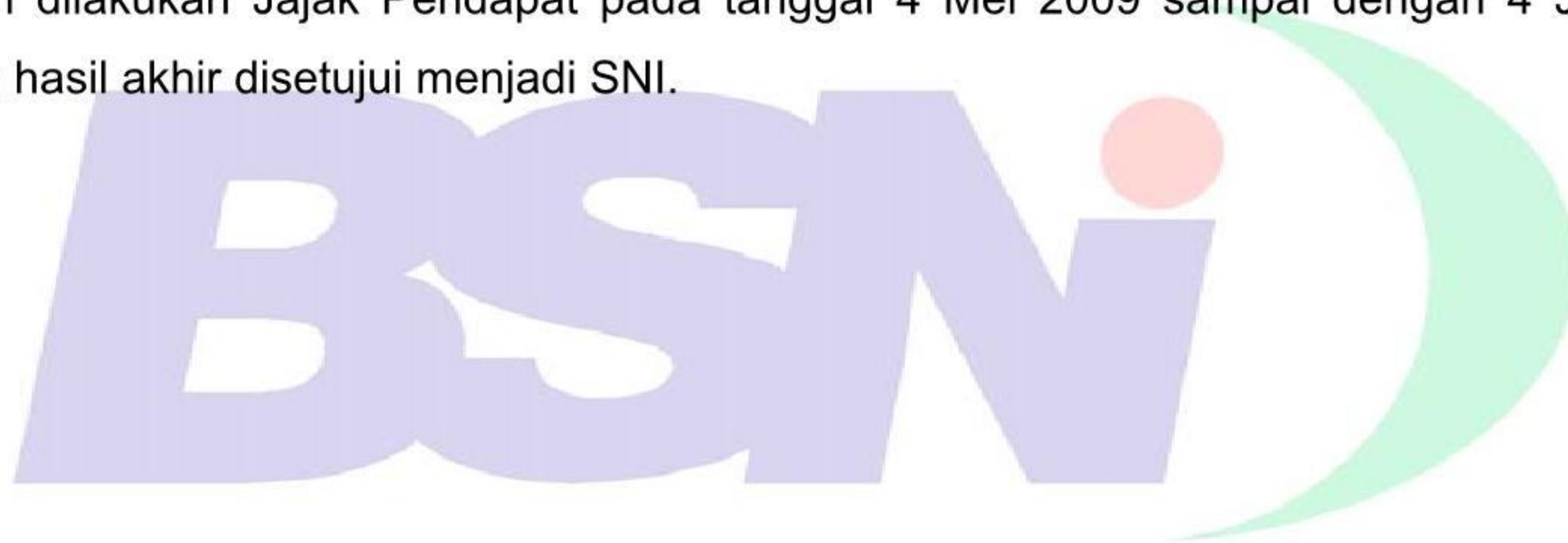
| | |
|---|----|
| Daftar isi..... | i |
| Prakata | ii |
| 1 Ruang lingkup..... | 1 |
| 2 Istilah dan definisi | 1 |
| 3 Cara uji | 1 |
| 4 Pengendalian mutu..... | 4 |
| Lampiran A (normatif) Pelaporan..... | 6 |
| Lampiran B (informatif) Lembar modifikasi | 7 |
| Bibliografi | 9 |



Prakata

SNI 7554.4:2011 dengan judul *Deterjen Serbuk - Bagian 4: Cara uji kadar fosfat total secara titrimetri* menjelaskan metode uji yang digunakan untuk menentukan kadar fosfat total secara titrimetri. SNI ini merupakan adopsi modifikasi dengan metode terjemahan dari ASTM D 820-93 (2003), *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Soaps Containing Synthetic Detergents*. Adapun daftar lengkap hasil modifikasi, bersama dengan penjelasannya, diberikan dalam Lampiran B.

SNI ini disusun oleh Sub Panitia Teknis 13-03-S1, Kualitas Air dari Panitia Teknis 13-03, Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan. SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus SPT 13-03-S1 dengan anggota yang mewakili pihak produsen, konsumen, ilmuwan dan instansi teknis pada tanggal 1 Mei 2007 di Serpong. Selain itu SNI ini telah dilakukan Jajak Pendapat pada tanggal 4 Mei 2009 sampai dengan 4 Juli 2009 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.



Deterjen Serbuk - Bagian 4: Cara uji kadar fosfat total secara titrimetri

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan fosfat total dalam deterjen dengan kadar lebih besar dari 2 % sebagai P_2O_5 .

2 Istilah dan definisi

2.1

serbuk deterjen

sediaan pembersih berbentuk serbuk yang dibuat dari bahan dasar surfaktan dengan penambahan bahan lain yang diijinkan dan digunakan untuk mencuci pakaian.

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Polifosfat dalam contoh uji dikonversi menjadi ortofosfat dengan hidrolisis asam dan dititrasi pada pH antara 4,3 dan 8,8 menggunakan larutan NaOH.

3.2 Bahan

- a) asam klorida (HCl) pekat p.a;
- b) air bebas mineral;
- c) indikator campuran

siapkan beberapa larutan berikut :

- 1) alkohol (90%)

- 2) larutan metil jingga 0,50 g/L

larutkan 0,05 g metil jingga dalam air bebas mineral dan encerkan hingga tanda tera dalam labu ukur 100,0 mL.

- 3) larutan fenolftalein dalam alkohol 5,00 g/L

larutkan 0,50 g fenolftalein dalam alkohol (50%) dan diencerkan dengan alkohol hingga tanda tera dalam labu ukur 100,0 mL.

- 4) larutan biru timol 0,40 g/L

larutkan 0,04 g biru timol dalam air bebas mineral dan encerkan hingga tanda tera dalam labu ukur 100,0 mL.

- 5) larutan biru metilen 1,00 g/L

larutkan 0,10 g biru metilen dalam air mineral dan encerkan hingga tanda tera dalam labu ukur 100,0 mL.

Indikator campuran dapat dibuat dengan komposisi sebagai berikut:

| | |
|----------------------|-------|
| Alkohol 90% | 24 mL |
| Larutan metil jingga | 32 mL |
| Larutan fenolftalein | 32 mL |
| Larutan biru timol | 8 mL |
| Larutan biru metilen | 4 mL |

CATATAN Larutan indikator campuran hanya stabil dalam waktu satu minggu pada suhu kamar.

- d) larutan standar natrium hidroksida, NaOH bebas karbonat, 0,5 N atau 1,0 N;
- e) larutan natrium hidroksida, NaOH (1+1) (b/v);

Larutkan 1 bagian berat Natrium Hidroksida dalam 1 bagian volume air bebas mineral secara hati hati. Diamkan semalam, endap tuangkan antara cairan dan padatan karbonat yang terbentuk. Larutan NaOH disimpan dan terlindung dari paparan karbon dioksida (CO₂).

3.3 Peralatan

- a) buret;
- b) pH meter;
- c) pembakar gas (*bunsen*);
- d) tanur (*furnace*);
- e) pengaduk (*stirrer*);
- f) cawan porselen;
- g) timbangan analitik dengan ketelitian 0.1 mg;
- h) kaca arloji;
- i) gelas ukur;
- j) labu ukur 100,0 mL;
- k) erlenmeyer;
- l) penjepit besi (*crucible tong*); dan
- m) kertas saring

3.4 Persiapan

3.4.1 Gangguan-gangguan dalam pengukuran

Gangguan-gangguan pengukuran bisa disebabkan oleh:

- a) adanya logam-logam: besi, aluminium, kalsium dan magnesium akan mengendap sebagai garam fosfat atau hidroksidanya, sebelum tercapainya titik akhir titrasi kedua;
- b) adanya senyawaan borat, sulfit, karbonat, atau bahan penyangga lainnya;

- c) senyawa sulfit, karbonat dan sebagian borat dapat dihilangkan dengan hidrolisis asam selama pendidihan. Borat dihilangkan dengan mengubahnya menjadi metil borat dan kemudian menguap;
- d) adanya amonia atau basa-basa lemah;
- e) adanya silikat. Pada umumnya kadar silikat dalam deterjen sangat kecil sehingga dapat diabaikan.

3.4.2 Persiapan larutan contoh uji

1. Timbang contoh uji maksimum 10,0 g dengan ketelitian 0,1 mg dalam cawan porselin;

CATATAN Persamaan berikut dapat digunakan untuk menghitung berat contoh uji yang sesuai.

$$W = \frac{(N \times 280)}{P} \quad . (1)$$

Keterangan:

W adalah berat contoh uji (gram)

N adalah normalitas larutan NaOH yang digunakan dalam titrasi

P adalah persentase P_2O_5 yang diharapkan terdapat dalam contoh uji

2. Arangkan contoh uji secara hati-hati dengan pembakar bunsen;
3. Pindahkan cawan ke dalam tanur pada suhu 550°C selama 10 hingga 15 menit;

CATATAN Residu yang telah dibakar harus bebas dari karbon dan biasanya berwarna keabu-abuan.

4. Dinginkan dan tambahkan 10 mL HCl pekat secara hati-hati;
5. Uapkan hingga kering di penangas air dalam ruang asam;
6. Ulangi langkah 3.4.2.4 dan 3.4.2.5;
7. Dinginkan contoh uji dan pindahkan ke dalam gelas piala 400 mL, bilas dengan air bebas mineral dan lanjutkan langkah (i) atau langkah (ii).

CATATAN Borat biasa diuji dengan menambahkan metanol (5 mL) dalam suasana asam pekat H_2SO_4 (1 mL) yang jika dibakar akan berubah menjadi metil borat dengan nyala api berwarna hijau.

- a. Jika contoh uji tersebut mengandung perborat atau borat.

- Uapkan hingga kering dalam penangas air, tambahkan metanol kurang lebih 200 mL, 10 mL HCl pekat dan dua atau tiga buah batu didih.
- Tutup gelas piala dengan kaca arloji dan didihkan hingga volumenya menjadi 20 mL (waktu pendidihan minimum 30 menit).
- Uapkan lagi hingga volumenya kurang dari 10 mL dalam penangas air dibawah aliran nitrogen atau udara kering yang bersih.
- Tambahkan air bebas mineral hingga volumenya totalnya mencapai 90 mL dan tambahkan 10 mL HCl pekat.

- b. Jika contoh uji tersebut diketahui bebas dari perborat atau borat.

Tambahkan air mineral hingga volume totalnya mencapai 90 mL dan tambahkan 10 mL HCl pekat.

3.5 Prosedur

- Tambahkan 10 mL HCl pekat pada larutan yang diperoleh pada langkah 3.4.2.7.i) atau 3.4.2.7.ii).
- Tutup gelas piala dengan kaca arloji dan didihkan dengan hati-hati selama minimum 30 menit.
- Dinginkan hingga suhu kamar.
- Saring larutan dengan kertas saring dan tampung filtrat dalam *Erlenmeyer*.
- Encerkan filtrat dengan air bebas mineral hingga 200 mL.
- Tambahkan kurang lebih 3 mL indikator campuran.
- Lakukan netralisasi menggunakan larutan NaOH hingga pH 4,3 yang ditunjukkan dengan perubahan warna dari abu-abu menjadi hijau yang nyata.

CATATAN Netralisasi diawali dengan menggunakan larutan NaOH (1+1). Ketika hampir mencapai pH 4,3; netralisasi dilanjutkan menggunakan NaOH 1,0 N atau 0,5 N. Pertahankan agar suhu larutan di bawah 30°C.

- Titrasi dengan hati-hati menggunakan larutan standar NaOH 1,0 N atau 0,5 N hingga mencapai titik akhir pada pH 8,8 yang ditunjukkan dengan perubahan warna dari merah muda hingga ungu terang. Catat volume NaOH yang diperlukan untuk titrasi kedua ini (V).

3.6 Perhitungan

Perhitungan persentase P_2O_5 total dalam contoh uji adalah sebagai berikut :

$$P_2O_5 \text{ total (\%berat)} = \frac{(V \times N \times 7,098)}{W} \quad (2)$$

Keterangan:

- V adalah Volume larutan NaOH dibutuhkan untuk titrasi contoh uji (mL)
 N adalah Normalitas larutan NaOH yang digunakan untuk titrasi
 W adalah Berat contoh uji dalam larutan contoh uji (gram)

Perhitungan persentase fosfat total dalam contoh uji sebagai STPP (Sodium tripolifosfat, $Na_5P_3O_{10}$, BM = 368) adalah sebagai berikut :

$$STPP \text{ Total (\%Berat)} = \%P_2O_5 \text{ dalam contoh uji} \times \frac{2 \times \text{berat molekul STTP (g/mol)}}{3 \times \text{berat molekul STTP (g/mol)}} \quad (3)$$

4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia pro analisa (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Gunakan air suling bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

- f) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum 7 hari.
- g) Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- h) Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- i) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) lebih besar atau sama dengan 10%, maka dilakukan pengukuran ketiga untuk mendapatkan RPD kurang dari 10%.

Persen RPD :

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (4)$$

- j) Lakukan kontrol akurasi dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik adalah 85% - 115%.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \left(\frac{A}{B} \right) \times 100\% \quad (5)$$

Keterangan:

A adalah hasil pengukuran larutan baku, dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L);

B adalah kadar larutan baku hasil penimbangan (*target value*), dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L).

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis dan tanda tangan.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Nomor contoh uji.
- 5) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 6) Perhitungan kadar % berat P dalam contoh uji.
- 7) Rekaman hasil pengukuran duplo.
- 8) Kadar fosfat total sebagai % P_2O_5 dalam contoh uji.
- 9) Kadar fosfat total sebagai % STPP dalam contoh uji.



Lampiran B
(informatif)
Lembar modifikasi

Tabel B.1 - Lembar modifikasi

| No | Pasal asli/rujukan | Uraian | Pasal modifikasi | Alasan |
|----|-----------------------|--|---------------------|---|
| 1 | 24.1 | Peralatan titrasi elektrometrik yang dilengkapi dengan elektroda kalomel dan elektroda gelas. Atau pH meter <i>standard</i>dst. | 3.3 b | Ditulis hanya menjadi "pH meter" agar lebih praktis dan mudah dipersiapkan |
| 2 | 23.1 | Berdasarkan pengalaman, deterjen sintetik yang diproduksi melalui penyemprotan (<i>spray dry</i>) dengan perbandingan persentase SiO ₂ terhadap P ₂ O ₅ ≥ 0.2 gangguan silikat sangat kecil sehingga dapat diabaikan. | 3.4.1 d | Lebih praktis dan menyederhanakan penjelasan |
| 3 | 23.1 | Jika perbandingan persentase SiO ₂ terhadap P ₂ O ₅ ≥ 0.2 ulangi penambahan HCl dan penguapan selama dua kali | 3.4.2 langkah 6 | Dituliskan demikian agar bias memastikan walaupun ada gangguan silikat dapat dihilangkan |
| 4 | 27.2 | Tidak disebutkan jumlah indikator campuran yang ditambahkan | 3.5.f | Ditambahkan kurang lebih 3 mL indikator campuran agar perubahan warna pada titik akhir titrasi jelas terlihat |
| 5 | 28 | Perhitungan sebagai persen total P ₂ O ₅ | 3.6 | Dihitung juga sebagai persentase fosfat total sebagai STPP (Sodium tripolifosfat) sesuai ketentuan kriteria ekolabel. |

Tabel B.1 - Lembar modifikasi (lanjutan)

| No | Pasal asli/rujukan | Uraian | Pasal modifikasi | Alasan |
|----|-----------------------|---|-------------------------|---|
| 6 | 3.1 Pereaksi | Keperluan bahan kimia | 3.2 Bahan | Isobutanol, etanol, asam sulfat pekat dan asam sulfat 1N dimasukan karena belum dicantumkan keperluannya |
| 7 | Tidak ada | - | 3.3 Peralatan | Peralatan-peralatan yang diperlukan belum disebutkan dalam prosedur acuan |
| 8 | 32 | Kalibrasi | 3.4 Persiapan pengujian | Pasal ini dibagi menjadi i. Pembuatan larutan induk fosfat ii. Pembuatan larutan baku iii. Pembuatan kurva kalibrasi Modifikasi penulisan prosedur ini akan memudahkan analisis yang akan mengerjakannya. |
| 9 | 32.5 | Pembuatan kurva kalibrasi yang harus linear dalam intersep +0.01 – 0.03 | 3.4.3 langkah i | Kurva kalibrasi harus linier dengan korelasi $r \geq 0.995$ lebih jelas pengertiannya daripada mempertimbangkan intersep. |
| 10 | 34 | Perhitungan | 3.6 langkah d | Dihitung juga sebagai persentase fosfat total sebagai STPP (Sodium tripolifosfat) sesuai ketentuan kriteria ecolabel |
| 11 | 34.4 dan 34.5 | <i>Reatibility and Reproducibility</i> | 4.2 | Disesuaikan dengan kemampuan pengendalian mutu masing-masing laboratorium pengujian |

Bibliografi

Pedoman KAN 800-2004, Pedoman umum akreditasi dan sertifikasi ecolabel.

SNI 19-7188.2.1-2007, Kriteria ecolabel – Bagian 2: Kategori produk deterjen – Seksi 1: Serbuk deterjen pencuci sintetik rumah tangga.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id